

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202391658** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2023.09.29

(51) Int. Cl. **B01J 19/00** (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2019.11.19

(54) **СПОСОБЫ ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА ФОСФОРА И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ**

(31) **62/769,252**

(32) **2018.11.19**

(33) **US**

(62) **202191330; 2019.11.19**

(71) Заявитель:
МОНСАНТО ТЕКНОЛОДЖИ ЛЛК
(US)

(72) Изобретатель:

**Касанова Эдуардо Аурелио, Фань Пэн,
Страбл Джастин Роберт, Сюй Цзянь**
(US)

(74) Представитель:

**Веселицкий М.Б., Кузенкова Н.В.,
Каксис Р.А., Белоусов Ю.В., Куликов
А.В., Кузнецова Е.В., Соколов Р.А.,
Кузнецова Т.В. (RU)**

(57) Настоящее изобретение в целом касается усовершенствованных способов получения различных оксидов фосфора и фосфорной кислоты. К оксидам фосфора, получаемым в соответствии с настоящим изобретением, относятся оксиды фосфора (III) (например, гексаоксид тетрафосфора (P_4O_6)). Оксиды фосфора (III), такие как P_4O_6 , являются полезными продуктами и также применяются в качестве предшественников при получении других продуктов, включая фосфорную кислоту (H_3PO_3) и другие фосфорсодержащие химические вещества. Некоторые аспекты этого изобретения также касаются применения различных побочных продуктов, образуемых во время производства P_4O_6 в качестве предшественников для образования фосфорной кислоты (H_3PO_4) и P_2O_5 . В частности, настоящее изобретение касается усовершенствованных способов получения оксидов фосфора (III) (например, P_4O_6), подходящих для применения в производстве фосфогербицидов, таких как N-(фосфонометил)глицин (глифосат), и их предшественников (например, N-(фосфонометил)иминодиуксусная кислота (ФМИДК)). Настоящее изобретение также касается получения этих соединений.

A1

202391658

202391658

A1

СПОСОБЫ ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА ФОСФОРА И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ

5

ОБЛАСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0001] Настоящее изобретение в целом касается усовершенствованных способов получения различных оксидов фосфора и фосфорной кислоты. К оксидам фосфора, получаемым в соответствии с настоящим изобретением, относятся оксиды фосфора (III) (например, гексаоксид тетрафосфора (P_4O_6)). Оксиды фосфора (III), такие как P_4O_6 , являются полезными продуктами и также применяются в качестве предшественников при получении других продуктов, включая фосфорную кислоту (H_3PO_3) и другие фосфорсодержащие химические вещества. Некоторые аспекты этого изобретения также касаются применения различных побочных продуктов, образуемых во время производства P_4O_6 в качестве предшественников для образования фосфорной кислоты (H_3PO_4) и P_2O_5 . В частности, настоящее изобретение касается усовершенствованных способов получения оксидов фосфора (III) (например, P_4O_6), подходящих для применения в производстве фосфогербицидов, таких как N-(фосфонометил)глицин (глифосат), и их предшественников (например, N-(фосфонометил)иминодиуксусная кислота (ФМИДК)). Настоящее изобретение также касается получения этих соединений.

20

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

[0002] Способы производства оксидов фосфора (III), таких как P_4O_6 , известны специалистам в данной области. Термин " P_4O_6 " в контексте данного описания включает все формулы, традиционно используемые для определения оксидов фосфора (III), включая P_2O_3 . В контексте данного описания термины "оксид фосфора (III)" и " P_4O_6 " применяются взаимозаменяемо.

25

[0003] P_4O_6 применяют как сам продукт и как предшественник для производства разных других продуктов. Способы получения P_4O_6 известны специалистам в данной области и в определенной мере зарекомендовали себя эффективными, однако существует простор для усовершенствования в отношении выхода продукции, чистоты и эффективности процесса. Например, при существующих способах производства P_4O_6 , как правило, встречаются

30

ограничения или возникают проблемы с увеличением производства до промышленных масштабов.

[0004] Как в качестве самого продукта, так и в качестве предшественника для получения других соединений, P_4O_6 часто рассматривают в сравнении с трихлоридом фосфора (PCl_3), который традиционно применяют в различных процессах в качестве источника фосфора. В качестве самого продукта P_4O_6 , эффективно производимый в промышленном масштабе, обеспечивает преимущество над PCl_3 , поскольку он содержит больший массовый процент фосфора по сравнению с PCl_3 (свыше 50 мас. % по сравнению с 22 мас. %). Таким образом, P_4O_6 в качестве самого продукта обеспечивает более концентрированный фосфорный продукт и позволяет избежать проблем и рисков, связанных с химическим хлором, необходимым для производства PCl_3 и высвобождаемым в виде побочного продукта при использовании P_4O_6 как альтернативы PCl_3 в качестве предшественника для получения других соединений, в которых в той или иной форме (например, в форме хлористоводородной кислоты) образуется большое количество хлора как нежелательного побочного продукта, требующего утилизации или захоронения. Кроме того, промежуточные соединения и конечные продукты, получаемые из PCl_3 , обычно не содержат хлорида. Альтернативой PCl_3 в качестве исходного материала является фосфорная кислота. Однако фосфорную кислоту, как правило, получают из PCl_3 , и, таким образом, полностью избавиться от проблемы нежелательных побочных продуктов не удастся – она лишь отодвигается на другой этап процесса.

[0005] Таким образом, существует потребность в усовершенствованных способах получения P_4O_6 в качестве самого фосфорсодержащего продукта и в качестве альтернативы PCl_3 как источника фосфора для использования при получении различных фосфорсодержащих соединений.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0006] Таким образом, в целом настоящее изобретение касается способов производства оксида фосфора (III).

[0007] В разных вариантах осуществления способ включает приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов; охлаждение потока промежуточного

продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов; извлечение одного или нескольких побочных продуктов из суспензии продукта реакции; и испарение в испарительной установке одного или нескольких побочных продуктов для образования испаренного рециркуляционного потока.

[0008] В других вариантах осуществления способ включает приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов; охлаждение потока промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов; отделение от него твердых компонентов суспензии продукта реакции, в результате чего образуется поток суспензии побочного продукта, включающий один или несколько твердых побочных продуктов, и поток необработанного продукта, включающий жидкий P_4O_6 ; и введение по меньшей мере части потока суспензии побочного продукта в испарительную установку.

[0009] В других вариантах осуществления способов производства оксида фосфора (III), способ включает приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов; охлаждение потока промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько твердых побочных продуктов; извлечение одного или нескольких твердых побочных продуктов из суспензии продукта реакции; и введение одного или нескольких твердых побочных продуктов в реакторную установку для прямого охлаждения содержимого реакторной установки, причем температуру в пределах реакторной установки регулируют путем внешнего охлаждения реакторной установки.

[0010] Настоящее изобретение также касается способов для производства фосфорной кислоты (H_3PO_4).

[0011] В некоторых подобных вариантах осуществления способ включает приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется промежуточный продукт реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов; охлаждение промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов; разделение суспензии продукта реакции на поток жидкого необработанного P_4O_6 и суспензию сгущенного продукта; введение потока жидкого необработанного P_4O_6 в охладительную установку; отделение жидкого P_4O_6 от суспензии сгущенного продукта, в результате чего образуется поток необработанного продукта, включающий жидкий P_4O_6 , и поток побочного продукта, включающий оксиды фосфора (III), фосфора (V) и/или фосфора (III и V); введение потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих в потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта, включающего P_2O_5 и/или P_4O_{10} ; и приведение потока парообразного продукта в контакт с водой, в результате чего образуется поток жидкого продукта, включающий H_3PO_4 .

[0012] Настоящее изобретение также касается способов производства пентоксида фосфора (P_2O_5).

[0013] В некоторых подобных вариантах осуществления способ включает приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется промежуточный продукт реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов; охлаждение промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов; отделение жидкого P_4O_6 из суспензии продукта реакции, в результате чего образуется поток необработанного продукта, включающий жидкий P_4O_6 , и поток побочного продукта, включающий оксиды фосфора (III), фосфора (V) и фосфора (III и V); введение потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих в потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта,

включающего P_4O_{10} ; и конденсацию потока парообразного продукта, в результате чего образуется поток жидкого продукта, включающий P_2O_5 .

5 [0014] Настоящее изобретение также касается способов, сочетающих вышеперечисленные варианты осуществления. Например, любые из вариантов осуществления, в которых описаны способы получения оксида фосфора (III), могут сочетаться со способами производства фосфорной кислоты (H_3PO_4) и/или пентоксида фосфора (P_2O_5), описанными выше и/или в любой части этого документа.

10 [0015] Другие цели и особенности частично являются очевидными и частично представлены ниже в этом описании.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ФИГУР

[0016] Фиг. 1 схематически описывает способ / способы, осуществляемые в соответствии с настоящим изобретением.

15 [0017] Фиг. 2 схематически описывает способ, осуществляемый в соответствии с настоящим изобретением.

[0018] Фиг. 3 схематически описывает способ, осуществляемый в соответствии с настоящим изобретением.

[0019] Фиг. 4 схематически описывает способ / способы, осуществляемые в соответствии с настоящим изобретением.

20 [0020] Фиг. 5 описывает термодинамическое равновесие фосфорно-кислородной (P-O) системы для молярного соотношения $P_4:O_2$ 1:3 с применением программного моделирования (HSC - <http://www.hsc-chemistry.com>).

25 [0021] Соответствующие условные обозначения применяются для соответствующих деталей на всех фигурах.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

30 [0022] Настоящее изобретение включает усовершенствованные способы производства P_4O_6 . Усовершенствования, осуществляемые в способах согласно настоящему изобретению, включают: (I) применимость способов согласно настоящему изобретению к производству в промышленном масштабе, (II) улучшение выхода продукции, чистоты и/или профиля побочных продуктов для P_4O_6 , производимого с применением способов согласно настоящему изобретению, и (III) способы получения продуктов с применением P_4O_6 в качестве предшественника, позволяющие избежать проблем, связанных с

другими фосфорсодержащими предшественниками (например, проблем, связанных с PCl_3 из-за применения или присутствия хлора).

5 **[0023]** Способы согласно настоящему изобретению включают этап сжигания, на котором фосфор (P_4) приводят в реакцию с кислородсодержащим газом (как правило, O_2) в реакторе для обеспечения промежуточного продукта, включающего P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов. P_2O_3 преобразуют в P_4O_6 путем контакта с охлаждающей жидкостью на этапе охлаждения. Продукт этапа охлаждения включает жидкий P_4O_6 в качестве продукта вместе с различными побочными продуктами, включая твердые
10 продукты, а также различные побочные продукты, растворенные в жидкой фазе. Настоящее изобретение также включает извлечение P_4O_6 из продукта охлаждающей установки, очистку P_4O_6 и/или использование побочных продуктов образования P_4O_6 при получении другого продукта (например, фосфорной кислоты или пентоксида фосфора).

15 **[0024]** Способы согласно настоящему изобретению также могут включать извлечение потока побочного продукта из содержащего P_4O_6 продукта охлаждающей установки. В одном аспекте настоящего изобретения твердый поток побочного продукта извлекают и возвращают в реакторную установку. В разных других аспектах настоящего изобретения после извлечения потока
20 побочного продукта (например, потока преимущественно твердого побочного продукта или потока суспензии побочного продукта) осуществляют испарение для обеспечения испаренного рециркуляционного потока. Испарение осуществляют в специально сконструированной для этого установке, отдельной от реакторной установки. Испаренный рециркулированный поток вводят в
25 реактор в качестве полного источника фосфора или его части для этапа сжигания.

[0025] В целом извлечение потока побочного продукта из продукта охлаждающей установки улучшает эффективность процесса путем извлечения фосфорсодержащих видов, которые могут быть преобразованы в P_4O_6 , и, таким
30 образом, способствует увеличению технологического выхода. Эти извлеченные фосфорсодержащие виды включают непрореагировавшие фосфорсодержащие виды и/или могут обеспечиваться продуктами распада P_4O_6 . Вместо захоронения этих соединений восстанавливают их ценность в качестве источника фосфора для производства P_4O_6 путем возврата в реакторную установку.

[0026] В соответствии с настоящим изобретением, было обнаружено, что способ обработки и характер рециркуляционного потока, извлекаемого и возвращаемого в реактор, обеспечивают значительные преимущества процесса. Ранее применявшиеся способы включали возврат потока суспензии побочного продукта в реакторную установку. Однако, согласно наблюдениям, в результате это приводит к переохлаждению продукта реакции в пределах реактора, что, в свою очередь, снижает выход продукции во время каждого отдельного прохождения через реактор, а также препятствует любой значительной рециркуляции побочных продуктов реакции. Кроме того, температурный контроль в пределах реакторной установки при использовании потока суспензии побочного продукта ненадежен из-за значительного риска засорения (например, насосного механизма) и также может приводить к повреждению реактора и даже его окончательному выходу из строя. К тому же, в случае использования потока суспензии побочного продукта реактор требует дополнительных затрат энергии. Эти дополнительные затраты энергии приводят к повышенной тепловой нагрузке на реактор. Определение подходящих для реактора материалов и/или обеспечение изолированного реактора, способного выдерживать эти условия, оказалось затратным, непрактичным и/или убыточным. Например, традиционно применяемые материалы, такие, как оксид алюминия (Al_2O_3) и карбид кремния повреждаются от перегрева и/или коррозии, вызываемых реагентами при осуществлении способов с применением рециркуляции суспензии.

[0027] Было обнаружено, что применение парообразного рециркуляционного потока, образуемого в отдельной испарительной установке, специально выбранной для обработки рециркуляционного потока, и извлечение из нее позволяет преодолевать эти проблемы. В результате использования парообразного рециркуляционного потока уменьшается изменчивость скорости рециркуляционного потока, уменьшается или устраняется испарение твердых веществ в пределах реакторной установки, а также устраняются связанные с ним проблемы и неблагоприятное влияние на температуру реактора, связанное с использованием потока твердого побочного продукта. В целом выполнение этого процесса обеспечивает возможность функционирование реакторной установки на более эффективной основе с точки зрения контроля температуры. Таким образом, реакторы, выполненные из традиционных материалов, известных специалистам в данной области (например, из нержавеющей стали)

могут применяться для эксплуатации в промышленных масштабах, как правило, с прямым и/или косвенным охлаждением содержимого реактора, как подробно описывается в другой части этого документа. Эффективная рециркуляция и контроль температуры реактора также обеспечивают улучшенный выход продукта (P_4O_6). Также в настоящее время считается, что использование парового рециркуляционного потока позволяет использовать реактор относительно малого объема и/или обеспечивает увеличение производства P_4O_6 на единицу объема реактора.

Реакторная установка

10 **[0028]** Способы согласно настоящему изобретению в целом включают прямую реакцию фосфора и кислорода в реакторной установке, спроектированной с этой целью, в стехиометрическом соотношении. Исходный фосфорный материал (как правило, белый фосфор, P_4) вводят непосредственно в реакторную установку (с предварительным испарением или без него). В
15 некоторых вариантах осуществления жидкий фосфор используют в качестве исходного материала, который испаряют перед его введением в реакторную установку. Исходный фосфорный материал также может обеспечиваться технологическими потоками, образуемыми на других этапах способов согласно настоящему изобретению, включая потоки побочных продуктов, извлеченные в
20 процессе разделения (необязательно включая испарение потока побочного продукта между извлечением и введением в реакторная установка). В различных предпочтительных вариантах осуществления испаренный рециркуляционный поток вводят в реакторную установку. В соответствии с определенными вариантами осуществления, испаренный рециркуляционный поток является
25 единственным источником фосфора, который вводят в реакторную установку.

[0029] Поскольку стехиометрическое соотношение фосфора:кислорода в P_4O_6 составляет 4:6, обычно молярное соотношение фосфора:кислорода, присутствующих в реакторной установке, контролируют на уровне, приближенном к этому значению. Допускаются небольшие отклонения, однако,
30 как правило, это соотношение составляет от приблизительно 4:5,4 до приблизительно 4:6,6.

[0030] Как показано на Фиг. 1, поступающий поток фосфора 1 и поступающий поток кислорода 5 вводят в реакторную установку 9. Как показано пунктирными линиями (и как подробно описывается в другой части этого

документа), отдельный источник фосфора не требуется, и единственный источник фосфора для реакторной установки может быть получен на другом этапе процесса и возвращен в реакторную установку. Следует понимать, что условия реактора в зависимости от пропорции фосфора могут определяться и контролироваться любым или обоими из этих источников фосфора.

[0031] Прямую реакцию фосфора и кислорода обычно осуществляют в присутствии пламени в пределах реакторной установки. Без охлаждения реакционная смесь может достигать избыточной температуры, что может приводить к образованию нежелательных оксидов фосфора (например, смешанных оксидов P(III/V), субоксидов фосфора и элементного фосфора.

[0032] С учетом высокоэзотермичного характера реакции фосфора и кислорода, контроль температуры в пределах реакторной установки и, таким образом, температуры на выходе продукта реакции, извлекаемого из реакторной установки, являются важными аспектами изобретения. Как правило, температура на выходе потока промежуточного продукта реакции при его извлечении из реакторной установки составляет по меньшей мере приблизительно 1100 К. Как правило, температура на выходе продукта из реакторной установки составляет от приблизительно 1100 К до приблизительно 2200 К или от приблизительно 1500 К до приблизительно 2200 К. В этом диапазоне температур продукт P_4O_6 относительно устойчив, что позволяет избегать чрезмерной потери выхода продукта, например, из-за деградации до нежелательного побочного продукта элементного фосфора. В настоящее время считается, что определенные температурные условия в вышеупомянутом диапазоне являются особенно подходящими для избежания распада продукта, включая условия, при которых температуру поддерживают на уровне ниже, чем приблизительно 1800 К (например, от приблизительно 1500 К до приблизительно 1800 К или от приблизительно 1650 К до приблизительно 1800 К).

[0033] Обеспечение необходимого стехиометрического соотношения фосфора и кислорода и контроль температурных условий в пределах реакторной установки и температуры на выходе продукта зависят от одной или нескольких переменных процесса, включая скорость подачи фосфора, скорость подачи кислорода и скорость подачи любого рециркуляционного потока, вводимого в реактор. В целом, в соответствии с настоящим изобретением, любое из этих условий может регулироваться в ответ на одно или несколько указанных

условий, находящихся за пределами желательного диапазона значений, или в ответ на состав потока промежуточного продукта реакции, извлекаемого из реакторной установки.

5 **[0034]** Как правило, фосфор вводят в реакторную установку со скоростью по меньшей мере приблизительно 85 г/ч, включая значения скорости от приблизительно 85 до приблизительно 500 г/ч или от приблизительно 90 г/ч до приблизительно 500 г/ч.

10 **[0035]** Кислород, как правило, подают в реакторную установку со скоростью по меньшей мере приблизительно 70 г/ч, включая значения скорости от приблизительно 70 до приблизительно 500 г/ч или от приблизительно 80 до приблизительно 500 г/ч.

15 **[0036]** Как правило, в случае использования парообразный рециркуляционный поток вводят в реакторную установку со скоростью по меньшей мере приблизительно 50 г/ч или от приблизительно 100 до приблизительно 500 г/ч.

20 **[0037]** Если необходимо достичь требуемых температурных условий в пределах реактора и/или требуемой температуры на выходе продукта из реактора, содержимое реакторной установки и/или саму реакторную установку охлаждают.

25 **[0038]** В некоторых аспектах температурный контроль обеспечивают путем прямого охлаждения содержимого реактора. Материалы, подходящие для прямого охлаждения, включают извлеченные побочные продукты, реакцию суспензию, полученную с любого предыдущего прогона, и P_4O_6 , полученный на другом этапе процесса.

30 **[0039]** Отдельно или вместе с прямым охлаждением реактор также может быть подвергнут косвенному охлаждению. Косвенного охлаждения реакторной установки достигают путем прямого охлаждения внешней реакторной установки (например, путем обдувания реакторной установки холодным воздухом снаружи). Реакторная установка также может быть охлаждена путем окружения реакторной установки пучком теплообменных труб для передачи тепла от содержимого реакторной установки к теплопередающей среде для удаления тепла из реакторной установки. Выбор теплопередающей среды не является строго определенным и может включать среды, широко применяемые в данной области, например, воздух, воду и подходящие масла.

[0040] Реакция фосфора и кислорода в реакторной установке обеспечивает продукт, часто указываемый авторами как поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов, извлеченных из реакторной установки.

5 **[0041]** P_2O_3 обычно составляет по меньшей мере приблизительно 60 мас. %, по меньшей мере приблизительно 70 мас. % или по меньшей мере приблизительно 80 мас. % потока промежуточного продукта реакции. Как правило, P_2O_3 составляет от приблизительно 60 до приблизительно 90 мас. %, от приблизительно 70 до приблизительно 90 мас. % или от приблизительно 80 до
10 приблизительно 90 мас. % потока промежуточного продукта реакции.

[0042] Как правило, один или несколько побочных продуктов потока промежуточного продукта реакции включают: (I) один или несколько оксидов фосфора общей формулы P_xO_y , где x составляет от 1 до 4, и y составляет от 1 до 10, и (II) один или несколько других видов фосфора, выбранных из группы,
15 состоящей из P , P_2 , P_3 , P_4 , и их комбинации.

[0043] Как правило, один или несколько побочных продуктов потока промежуточного продукта реакции включают оксиды фосфора (III), оксиды фосфора (V) и оксиды фосфора (III и V). Эти побочные продукты могут быть
20 выбраны из группы, состоящей из P_4O_7 , P_4O_8 , P_4O_9 , P_2O_5 , и/или P_4O_{10} . Кроме того, один или несколько побочных продуктов потока промежуточного продукта реакции могут включать элементный фосфор (P_4) и красный фосфор (P).

[0044] Как было упомянуто, преимущество состоит в том, что способы согласно настоящему изобретению являются подходящими для производства P_4O_6 в промышленном масштабе. В настоящее время считается, что разные
25 особенности настоящего изобретения обеспечивают преимущество в выходе продукции или коммерческой нагрузке на объем реактора по сравнению с другими способами, известными специалистам в данной области. Объем реактора выбирают таким образом, чтобы обеспечивалась коммерческая нагрузка, необходимая для данного процесса. Реактор может быть выполнен из
30 любого подходящего материала, известного специалистам в данной области, включая, например, нержавеющую сталь.

Охлаждающая установка

[0045] Также со ссылкой на Фиг. 1 продукт реакторной установки (поток промежуточного продукта реакции) 12 извлекают из реакторной установки и

вводят в охлаждающую установку 15 вместе с охлаждающей жидкостью 18. Как показано на Фиг. 1 пунктирными линиями, охлаждающей жидкостью необязательно может быть поток, полученный на другом этапе процесса. Как показано на Фиг. 1, охлаждающая жидкость состоит из продукта, 5 обеспечиваемого способом разделения (подробно описанным в другом разделе этого документа). Однако следует понимать, что охлаждающая жидкость может обеспечиваться другими потоками продукта, образуемыми с применением способов согласно настоящему изобретению, и/или также может быть специально создаваемым потоком, который вводят в процесс исключительно для 10 использования в качестве охлаждающей жидкости.

[0046] Охлаждение промежуточного продукта реакции и снижение температуры потока этого продукта важно, поскольку это служит для избежания нежелательного распада продукта P_4O_6 и, таким образом, способствует эффективному выходу продукта и его чистоте. В целом цель этапа охлаждения 15 состоит в снижении температуры потока промежуточного продукта реакции до значения ниже, чем приблизительно 700 К или ниже, чем приблизительно 500 К. Как правило, это охлаждение осуществляют в один этап путем контакта с охлаждающей жидкостью. Как правило, температура охлаждающей жидкости составляет по меньшей мере приблизительно 293 К или от приблизительно 293 20 К до приблизительно 423 К.

[0047] Точный состав охлаждающей жидкости не является строго определенным, и в разных вариантах осуществления она может быть любой инертной жидкостью, подходящей для обеспечения требуемого эффекта охлаждения. В разных вариантах осуществления охлаждающая жидкость не 25 имеет растворимости в P_4O_6 , и наоборот. В разных вариантах осуществления охлаждающая жидкость включает жидкий P_4O_6 и может включать жидкий P_4O_6 , извлеченный из суспензии продукта реакции, обеспечиваемого, как подробно описывается в другой части этого документа.

[0048] Контакт потока промежуточного продукта реакции с охлаждающей 30 жидкостью в пределах охлаждающей установки обеспечивает суспензию продукта реакции, включающую жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов.

[0049] Суспензия продукта реакции имеет относительно высокое содержание P_4O_6 , как правило, по меньшей мере приблизительно 70 мас. %, по

меньшей мере приблизительно 80 мас. % или по меньшей мере приблизительно 90 мас. % суспензии продукта реакции.

[0050] Продукт реакции из охладительной установки представляет собой суспензию, включающую твердую фракцию и жидкую фракцию. Как правило, жидкая фракция этой суспензии составляет по меньшей мере приблизительно 80 мас. % или по меньшей мере приблизительно 90 мас. % суспензии. Суспензия, как правило, имеет содержание твердых веществ меньше, чем приблизительно 20 мас. %, или меньше, чем приблизительно 10 мас. %. Таким образом, жидкая фракция, как правило, составляет по меньшей мере приблизительно 80 мас. % или по меньшей мере приблизительно 90 мас. % суспензии продукта реакции.

[0051] Суспензия продукта реакции содержит один или несколько побочных продуктов, включая: (I) один или несколько высших оксидов фосфора общей формулы P_4O_y , где y составляет от 7 до 9, (II) низшие оксиды фосфора (например, P_4O) и/или (III) элементный фосфор (P_4) и красный фосфор (P). По меньшей мере часть побочных продуктов составляют твердые вещества, а другая часть побочных продуктов распределена в жидкой фракции суспензии.

[0052] Таким образом, в целом технологический поток, извлекаемый из охладительной установки, обычно находится в форме смеси или суспензии с относительно высоким содержанием влаги вместе с твердой фракцией, обычно состоящей из одного или нескольких твердых побочных продуктов реакции фосфора и кислорода. Как подробно описывается в другой части этого документа, побочные продукты используют для возврата в реакторную установку для способствования прямому охлаждению содержимого реакторной установки. Таким образом, разные аспекты настоящего изобретения включают извлечение или отделение твердых продуктов от суспензии продукта реакции.

Сепарационная(ые) установка(и)

[0053] Как показано на Фиг. 1, суспензию продукта реакции 21 извлекают из охладительной установки 15 и вводят в сепарационную установку 24. Хотя на схеме на Фиг. 1 она показана как одна установка, следует понимать, что "сепарационная установка" в соответствии с описываемыми авторами способами разделения может включать несколько отдельных операций или устройств. В целом же цель использования сепарационной установки состоит в обеспечении на выходе по меньшей мере двух продуктов: потока побочного продукта 27 и потока необработанного продукта P_4O_6 30, как показано на Фиг. 1.

[0054] Первый этап разделения обычно состоит в удалении части жидкой фазы суспензии продукта реакции. Точный способ удаления части жидкой фазы на этом этапе не является строго определенным и может осуществляться, например, путем нагрева суспензии продукта реакции, включая нагрев до температуры по меньшей мере приблизительно 90 °С или по меньшей мере приблизительно 100 °С или от приблизительно 100 °С до приблизительно 500 °С.

[0055] С учетом содержания в ней твердых веществ и после удаления из нее жидкости суспензия продукта реакции, таким образом, может быть указана как сгущенная суспензия продукта. Извлеченная жидкая фаза может быть возвращена в охлаждающую установку, и/или часть может быть отправлена на этап перегонки (описанный в другом разделе этого документа).

[0056] Как правило, P_4O_6 составляет по меньшей мере приблизительно 80 мас. %, по меньшей мере приблизительно 90 мас. % или по меньшей мере приблизительно 95 мас. % сгущенной суспензии продукта. Сгущенная суспензия продукта, как правило, имеет влагосодержание меньше, чем приблизительно 80 мас. % или меньше, чем приблизительно 70 мас. %. При этом сгущенная суспензия продукта имеет содержание твердых веществ по меньшей мере приблизительно 20 мас. % или по меньшей мере приблизительно 30 мас. %.

[0057] Фракцию, включающую жидкие и твердые компоненты сгущенного продукта, извлекают из суспензии сгущенного продукта. Эта фракция показана как поток побочного продукта 27 на Фиг. 1. Поток необработанного продукта, включающего P_4O_6 (показан как 30 на Фиг. 1), остается после извлечения твердой фракции из суспензии сгущенного продукта. Твердая фракция может быть извлечена из суспензии сгущенного продукта с применением традиционных устройств для разделения твердой и жидкой фаз, известных специалистам в данной области, включая, например, гидроциклон, центрифугу, фильтровальную установку или испарительную установку.

[0058] В разных других вариантах осуществления поток необработанного продукта извлекают из суспензии сгущенного продукта и всю оставшуюся суспензию – сгущенную суспензию продукта или сгущенный рециркуляционный поток возвращают в испарительную установку (подробно описанную в другом разделе этого документа).

[0059] Как было упомянуто выше, одним из продуктов на выходе из сепарационной установки является содержащий побочный продукт поток, который подвергают обработке для обеспечения рециркуляционного потока (например, испаренного рециркуляционного потока, как подробно описывается в другой части этого документа) для возврата в реакторную установку, как подробно описывается в другой части этого документа. В общих чертах, поток побочного продукта 27 может быть извлечен в форме потока суспензии побочного продукта или в форме потока твердого побочного продукта. В первом случае поток суспензии побочного продукта обычно содержит твердую фазу, содержащую побочные продукты вместе с жидкой фазой, по которой распределена твердая фаза. В некоторых вариантах осуществления поток суспензии побочного продукта подвергают дальнейшей обработке путем удаления из него жидкости для образования потока побочного продукта, по сути представляющего собой твердую фракцию, из которой удалено большинство жидкости или почти вся жидкость.

[0060] Таким образом, в некоторых вариантах осуществления, из суспензии сгущенного продукта 21 извлекают твердую фракцию 33, поток необработанного продукта, включающий P_4O_6 30, и поток суспензии побочного продукта 27. В разных других вариантах осуществления поток твердого побочного продукта требуется для дальнейшей обработки и возврата в реакторную установку. В этих вариантах осуществления поток суспензии побочного продукта высушивают для обеспечения потока твердых побочных продуктов.

[0061] Любой создаваемый поток твердого побочного продукта обычно имеет влагосодержание меньше, чем приблизительно 5 мас. %, меньше, чем приблизительно 3 мас. % или меньше, чем приблизительно 1 мас. %. И поток твердого побочного продукта, и поток суспензии побочного продукта подвергают обработке в испарительной установке, как подробно описывается в другой части этого документа, как правило, для обеспечения испаренного рециркуляционного потока для повторного введения в реакторную установку.

[0062] Таким образом, операции в пределах широко определяемой "сепарационной установки" могут включать: (I) удаление жидкости из суспензии продукта реакции для обеспечения сгущенной суспензии продукта; и (II) отделение от нее твердых компонентов сгущенной суспензии продукта, в

результате чего образуется поток суспензии побочного продукта, включающий один или несколько твердых побочных продуктов, и поток необработанного продукта, включающий P_4O_6 . Такие операции также могут включать: (I) удаление жидкости из суспензии продукта реакции для обеспечения сгущенной суспензии продукта; (II) отделение от нее твердых компонентов сгущенной суспензии продукта, в результате чего образуется поток суспензии побочного продукта, включающий один или несколько твердых побочных продуктов, и поток необработанного продукта, включающий P_4O_6 ; и (III) высушивание потока суспензии побочного продукта, в результате чего образуется один или несколько твердых побочных продуктов.

[0063] Поток необработанного продукта, включающий P_4O_6 , содержит P_4O_6 и также, как правило, содержит P_4O_7 и P_4O_9 . P_4O_6 обычно составляет по меньшей мере приблизительно 80 мас. % или по меньшей мере приблизительно 90 мас. % потока необработанного продукта. Поток необработанного продукта, включающий P_4O_6 , также может содержать жидкую фракцию.

[0064] Как показано на Фиг. 1, вторая твердая фракция может быть извлечена из сепарационной установки, необязательно (пунктирные линии) показанной как 33. Эта твердая фракция может быть отдельно извлечена из самой суспензии сгущенного продукта или может быть частью потока суспензии побочного продукта или потока твердого побочного продукта, извлеченного, как подробно описывается в другой части этого документа. В случае извлечения эту твердую фракцию обрабатывают, как подробно описывается в другой части этого документа.

Испарительная установка

[0065] В целом различные способы согласно настоящему изобретению включают испарение или обработку в испарителе потока побочного продукта, извлеченного из продукта операции охлаждения. Эта обработка обеспечивает испаренный рециркуляционный поток, в целом включающий один или несколько оксидов фосфора (например, P_4O_{10} , или один или несколько оксидов фосфора общей формулы P_xO_y). Испаренный рециркуляционный поток вводят в реакторную установку и комбинируют с другим источником исходного фосфорного материала, или он может быть единственным источником исходного фосфорного материала, который вводят в реакторную установку. Как показано на Фиг. 1, поток побочного продукта 27 становится сырьевым потоком 36

испарителя, вводимым в испарительную установку 39 для образования испаренного рециркуляционного потока 42. Сырьевой поток испарителя может быть в форме потока твердого побочного продукта или потока суспензии побочного продукта, причем каждая ситуация подробно описывается ниже.

5 Твердые побочные продукты

[0066] В целом поток твердого побочного продукта, извлекаемый путем выполнения операций разделения, как подробно описывается в другой части этого документа, включает твердые побочные продукты и влажную фракцию. Как правило, твердые побочные продукты имеют влагосодержание меньше, чем
10 приблизительно 30 мас. %, меньше, чем приблизительно 20 мас. %, или меньше, чем приблизительно 10 мас. %. В некоторых вариантах осуществления твердые побочные продукты имеют влагосодержание меньше, чем приблизительно 5 мас. %, меньше, чем приблизительно 3 мас. %, или меньше, чем приблизительно 1 мас. %. Твердые побочные продукты в целом включают: (I) один или несколько
15 высших оксидов фосфора общей формулы P_4O_y , где y составляет от 7 до 9, (II) низшие оксиды фосфор, такие как P_4O , и/или (III) элементный фосфор (P_4) и красный фосфор (P). Твердый побочный продукт, содержащий описываемые авторами потоки, может содержать любые или все из этих побочных продуктов.

[0067] Испарение твердых побочных продуктов в целом происходит в
20 присутствии кислородсодержащего газа и при повышенных температурах. Как правило, температура в пределах испарительной установки составляет по меньшей мере приблизительно 773 К. Часто температура в пределах испарительной установки составляет по меньшей мере приблизительно 1000 К или по меньшей мере приблизительно 1100 К, и ее обычно контролируют на
25 уровне от 1200 К до 1770 К. Как правило, температуру в пределах испарительной установки контролируют на уровне от 1200 К до 1500 К. В целом компоненты сырьевого потока испарителя испаряют при температуре свыше 1000 К, свыше 1100 К или свыше 1200 К.

[0068] Как показано на Фиг. 1, кислородсодержащий газ 45 вводят в
30 испарительную установку. К подходящим кислородсодержащим газам относятся воздух и смеси кислорода и азота. При использовании смеси кислорода и азота количество азота, как правило, контролируют таким образом, чтобы он составлял относительно малую часть газового потока, во избежание переохлаждения в пределах испарительной установки. В разных вариантах

осуществления только кислород или кислородсодержащий газ вводят в испарительную установку вместе с потоком твердого побочного продукта.

[0069] Испарение потока твердого побочного продукта путем контакта с кислородсодержащим газом в испарительной установке обеспечивает испаренный рециркуляционный поток, включающий P_4O_{10} . Другие оксиды фосфора общей формулы P_xO_y также могут присутствовать в испаренном рециркуляционном потоке, однако преобладающим оксидом фосфора является P_4O_{10} . Более конкретно, в соответствии с этими вариантами осуществления, P_4O_{10} обычно составляет по меньшей мере приблизительно 40 мас. % или по меньшей мере приблизительно 50 мас. % оксидов фосфора в испаренном рециркуляционном потоке, если в испарительную установку вместе с потоком твердого побочного продукта вводят только кислородсодержащий газ.

[0070] В настоящее время считается, что эксплуатация испарительной установки в определенных условиях способствует испарению рециркуляционного потока, в котором значительную часть или почти все виды оксида фосфора составляет P_4O_{10} . Эти условия включают соотношение массового расхода для кислородсодержащего газа и одного или нескольких побочных продуктов, вводимых в испарительную установку, от приблизительно 1:10 до приблизительно 10:1; и/или температуру кислородсодержащего газа, вводимого в испарительную установку, по меньшей мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К или от приблизительно 300 К до приблизительно 500 К); и/или температуру одного или нескольких твердых побочных продуктов, вводимых в испарительную установку, по меньшей мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К или от приблизительно 300 К до приблизительно 500 К).

[0071] При определенных температурных условиях в испарительной установке в результате образуется оксид фосфора P_2O_5 . Для обеспечения испаренного рециркуляционного потока, включающего P_2O_5 (необязательно в соответствии с перечисленными ограничениями по составу) температуру в пределах испарительной установки контролируют на уровне от приблизительно 1200 К до приблизительно 1500 К.

[0072] Дополнительный источник фосфора вводят в испарительную установку вместе с твердыми побочными продуктами и кислородсодержащим

газом, обозначенным (необязательно пунктирными линиями) как 48 на Фиг. 1. Согласно общему мнению, дополнительный источник фосфора (например, P₄) способствует образованию более широкого состава оксидов фосфора в испаренном рециркуляционном потоке, в частности, одного или нескольких оксидов фосфора общей формулы P_xO_y, где x составляет от 2 до 4, и y составляет от 6 до 10.

[0073] Для обеспечения испаренного рециркуляционного потока, имеющего определенный таким образом состав, как правило, соблюдают одно или несколько из следующих условий: соотношение значений массового расхода для кислородсодержащего газа и одного или нескольких побочных продуктов, вводимых в испарительную установку, составляет от приблизительно 1:10 до приблизительно 10:1; и/или соотношение значений массового расхода для фосфора (P₄) и одного или нескольких побочных продуктов, вводимых в испарительную установку, составляет от приблизительно 1:10 до приблизительно 10:1; и/или температура кислородсодержащего газа, вводимого в испарительную установку, составляет по меньшей мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К, или от приблизительно 300 К до приблизительно 500 К); и/или температура одного или нескольких побочных продуктов, вводимых в испарительную установку, составляет по меньшей мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К, или от приблизительно 300 К до приблизительно 375К).

[0074] Температура испаренного рециркуляционного потока, как правило, составляет по меньшей мере приблизительно 1000 К или по меньшей мере приблизительно 1100 К. В разных вариантах осуществления температура испаренного рециркуляционного потока составляет от приблизительно 1000 К до приблизительно 2000 К, или от приблизительно 1200 К до приблизительно 2000 К. Хотя по своей природе он, как правило, является парообразным, испаренный рециркуляционный поток может содержать незначительную твердую фракцию в количестве меньшем, чем приблизительно 5 мас. %.

[0075] Как показано на Фиг. 1, испаренный рециркуляционный поток 42 вводят в реакторную установку 9. Испаренный рециркуляционный поток может быть единственным источником фосфора, реагирующим с кислородом в реакторной установке. Таким образом, исходный фосфорный материал 1,

показанный на Фиг. 1, является необязательным (обозначенным пунктирными линиями) и в некоторых вариантах осуществления не включается.

5 [0076] Как подробно описывается в другой части этого документа, контроль условий в пределах реакторной установки важен для обеспечения продукта реакции с температурой на выходе, позволяющей избежать
10 существенного распада требуемого продукта. Таким образом, другая цель добавления испаренного рециркуляционного потока в реакторную установку состоит в прямом охлаждении содержимого реакторной установки. Таким образом, в соответствии с настоящим изобретением, температуру в пределах
15 реакторной установки контролируют путем прямого охлаждения содержимого реактора, причем прямое охлаждение включает введение испаренного рециркуляционного потока в реакторную установку.

Суспензия побочного продукта

20 [0077] Также в соответствии с настоящим изобретением, и как показано на Фиг. 1, поток побочного продукта 27 может быть суспензией, которую вводят в испарительную установку для обеспечения испаренного рециркуляционного потока, который вводят в реакторную установку. Как правило, поток суспензии побочного продукта включает жидкую фракцию, которая составляет от приблизительно 5 мас. % до приблизительно 50 мас. % потока суспензии
25 побочного продукта.

[0078] Поток суспензии побочного продукта, как правило, содержит значительную фракцию твердых побочных продуктов (то есть, (I) один или несколько высших оксидов фосфора общей формулы P_4O_y , где y составляет от 7 до 10, (II) низших оксидов фосфора, таких как P_4O , и/или (III) элементный
30 фосфор (P_4) и красный фосфор (P)).

[0079] Кислородсодержащий газ (и необязательно дополнительный источник фосфора (например, P_4)) вводят в испарительную установку вместе с суспензией побочного продукта.

30 [0080] Если поток суспензии побочного продукта извлекают и подают в испарительную установку для обеспечения испаренного рециркуляционного потока для использования в реакторной установке, одно или несколько условий эксплуатации испарительной установки контролируют с целью обеспечения испаренного рециркуляционного потока, обладающего одной или несколькими желательными характеристиками. Как правило, соотношение значений

массового расхода для кислородсодержащего газа и суспензии побочного продукта, вводимых в испарительную установку, составляет от приблизительно 1:10 до приблизительно 10:1; и/или соотношение значений массового расхода для фосфора (P_4) и суспензии побочного продукта, вводимых в испарительную
5 установку, составляет от приблизительно 1:10 до приблизительно 10:1; и/или температура кислородсодержащего газа, вводимого в испарительную установку, составляет по меньшей мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К, или от приблизительно 300 К до приблизительно 500 К); и/или температура одного или нескольких побочных
10 продуктов, вводимых в испарительную установку, составляет по меньшей мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К, или от приблизительно 300 К до приблизительно 375 К).

[0081] Испаренный рециркуляционный поток, обеспечиваемый потоком суспензии побочного продукта, вводимого в испаритель, как правило, содержит
15 оксиды фосфора общей формулы P_xO_y , где x составляет от 1 до 4 (например, 2 - 4), и y составляет от 1 до 10 (например, 6 - 10). Температура такого испаренного рециркуляционного потока, как правило, составляет от приблизительно 750 К до приблизительно 1700 К. Хотя по своей природе он, как правило, является парообразным, испаренный рециркуляционный поток может содержать
20 незначительную твердую фракцию, составляющую меньше, чем приблизительно 5 мас. %.

[0082] Одна цель введения такого испаренного рециркуляционного потока состоит в обеспечении источника фосфора для реакции с кислородом в пределах реакторной установки, и испаренный рециркуляционный поток может быть
25 единственным источником фосфора, реагирующим с кислородом в реакторной установке.

[0083] Цель испаренного рециркуляционного потока также может состоять в прямом охлаждении содержимого реактора для обеспечения продукта, извлекаемого из реакторной установки с требуемой температурой на выходе.

[0084] Независимо от конкретного характера потока побочного продукта,
30 вводимого в испарительную установку, реакция в ней является экзотермической. Как правило, испарительную установку охлаждают снаружи.

Возврат твердых побочных продуктов в реакторную установку

[0085] В некоторых вариантах осуществления настоящего изобретения поток твердого побочного продукта извлекают из сепарационной установки и возвращают в реакторную установку без обработки в испарительной установке. Как показано на Фиг. 2, кислородсодержащий газ 101 и источник фосфора 104 вводят в реакторную установку 107 для образования потока промежуточного продукта реакции 110. Этот поток продукта вводят в охлаждающую установку 114 и приводят в контакт с охлаждающей жидкостью 116 для образования суспензии продукта реакции 118, включающей P_4O_6 и один или несколько твердых побочных продуктов. Суспензию продукта реакции вводят в сепарационную установку 121 для извлечения рециркуляционного потока 127 твердого побочного продукта для возврата в реакторную установку 107. Поток твердого побочного продукта извлекают из продукта реакции подходящим способом, известным специалистам в данной области.

[0086] Возврат твердых побочных продуктов в реакторную установку обеспечивает источник фосфора для реакции в пределах реакторной установки, а также обеспечивает определенное прямое охлаждение содержимого реактора. Прямое охлаждение содержимого реактора путем введения твердых побочных продуктов может быть недостаточным для контроля температуры, чтобы обеспечивался продукт требуемой температуры на выходе для выпуска из реакторной установки. В соответствии с настоящим изобретением было обнаружено, что температурные условия в пределах реакторной установки поддаются контролю при дополнительном применении внешнего охлаждения реакторной установки.

[0087] Преимущество состоит в том, что в соответствии с настоящим изобретением было обнаружено, что сочетание прямого охлаждения содержимого реакторной установки путем введения в нее твердых побочных продуктов параллельно с внешним охлаждением реакторной установки обеспечивает улучшенный выход продукта, уменьшает распад, и улучшает температурный контроль в пределах реакторной установки. Кроме того, для сооружения могут применяться традиционные материалы реактора, поскольку не вызывается избыточный нагрев благодаря комбинации улучшенного контроля внешнего охлаждения и контролируемого внутреннего охлаждения.

5 [0088] Как правило, твердые побочные продукты, извлекаемые из суспензии продукта реакции, включают: (I) один или несколько оксидов фосфора общей формулы P_4O_y , где y составляет от 7 до 10, (II) низшие оксиды фосфора, такие, как P_4O , и/или (III) элементный фосфор (P_4) и красный фосфор (P).

[0089] Как правило, твердые побочные продукты, извлекаемые из суспензии продукта реакции, имеют влагосодержание меньше, чем приблизительно 30 мас. %, меньше, чем приблизительно 20 мас. %, меньше, чем приблизительно 10 мас. %, или меньше, чем приблизительно 5 мас. %.

10 [0090] Помимо любого аспекта температурного контроля, как правило, контролируют скорость добавления одного или нескольких твердых побочных продуктов в реакторную установку для поддержания молярного соотношения P:O в пределах реакторной установки от приблизительно 4:5,4 до приблизительно 4:6,6.

15 [0091] Если твердые побочные продукты не являются единственным источником фосфора, который вводят в реакторную установку, как правило, относительные пропорции твердых побочных продуктов, другого источника фосфора и кислорода, вводимых в реакторную установку, контролируют с целью обеспечения требуемых условий в пределах реакторной установки. Как правило, 20 соотношение массового расхода одного или нескольких твердых побочных продуктов и фосфора, вводимых в реакторную установку, составляет по меньшей мере приблизительно 0,2:1 или от приблизительно 0,3:1 до приблизительно 1:1. Соотношение массового расхода одного или нескольких 25 твердых побочных продуктов и кислорода, вводимых в реакторную установку, составляет по меньшей мере приблизительно 0,25:1 или от приблизительно 0,4:1 до приблизительно 1:1,4.

Извлечение и очистка продукта оксида фосфора (III)

30 [0092] Как показано на Фиг. 1, поток необработанного продукта, включающего P_4O_6 (поток необработанного продукта) 30, извлекают из сепарационной установки и применяют один или несколько способов очистки для обеспечения очищенного конечного продукта. Поток необработанного продукта, полученного после извлечения потока побочного продукта (например, твердого побочного продукта или потока суспензии побочного продукта) из предыдущего содержащего оксид фосфора (III) потока включает жидкую

фракцию вместе с твердой фракцией. Поток необработанного продукта, таким образом, включает жидкий P_4O_6 . В общих чертах, P_4O_6 составляет по меньшей мере приблизительно 80 мас. % или по меньшей мере приблизительно 90 мас. % потока необработанного продукта. Поток необработанного продукта также может иметь твердую фракцию, включающую один или несколько твердых побочных продуктов. Поскольку побочный продукт и твердые фракции включают минимальный P_4O_6 , в целом поток необработанного продукта обогащен в отношении содержания P_4O_6 по сравнению с предыдущими технологическими потоками благодаря удалению фракций с минимальным содержанием или вообще без P_4O_6 (например, потока твердого побочного продукта и/или суспензии побочного продукта, извлекаемого и подвергаемого одной или нескольким операциям, как подробно описывается в другой части этого документа).

[0093] Для извлечения очищенного продукта P_4O_6 поток необработанного продукта очищают с применением одной или несколько операций. В разных вариантах осуществления поток необработанного продукта подвергают перегонке. В целом в соответствии с такими вариантами осуществления, и как показано на Фиг. 1, поток необработанного продукта вводят в зону перегонки 33.

[0094] Поток необработанного продукта, как правило, в форме жидкой фазы, содержащей растворенный P_4O_6 и незначительную фракцию примесей, вводят в зону перегонки и подвергают воздействию условий повышенных температур для образования головной фракции и нижней фракции. Головная фракция включает P_4O_6 , а твердая фракция включает твердые побочные продукты. Головную фракцию, включающую P_4O_6 , конденсируют для образования жидкого продукта P_4O_6 . К подходящим способам перегонки относятся те, которые общеизвестны среди специалистов в данной области.

[0095] Конечный, жидкий продукт P_4O_6 согласно настоящему изобретению характеризуется любыми или всеми из следующих особенностей: (I) выход продукта по меньшей мере 90 %, по меньшей мере 95 % или по меньшей мере 99 % на основе общего количества фосфора, который вводят в реакторную установку; и/или (II) чистота P_4O_6 по меньшей мере приблизительно 90 %, по меньшей мере 95 % или по меньшей мере 99 %; и/или (III) содержание элементного фосфора (P_4) не более, чем приблизительно 10 мас. % или не более,

чем приблизительно 5 мас. %; и/или (IV) практически без элементного фосфора (P₄).

5 [0096] Нижнюю фракцию извлекают и уничтожают или повторно вводят в один или несколько моментов процесса в расчете на извлечение ценных продуктов из любых фосфорсодержащих видов, которые могут присутствовать этой фракции. Например, в некоторых вариантах осуществления часть нижней фракции 39, которая включает твердые побочные продукты, комбинируют с суспензией продукта реакции перед его введением в сепарационную установку 24.

10 [0097] В дополнительном или альтернативном варианте по меньшей мере часть нижней фракции, которая включает твердые побочные продукты, комбинируют с твердыми побочными продуктами, извлеченными из суспензии сгущенного продукта (не показан на Фиг. 1) для образования комбинированного потока твердых побочных продуктов. По меньшей мере часть комбинированного
15 образованного таким образом потока твердых побочных продуктов может быть введена в испарительную установку.

[0098] Также, как показано на Фиг. 1, в некоторых вариантах осуществления часть потока необработанного продукта 50 возвращают в охладительную установку 15.

20 Альтернативный способ производства оксида фосфора и фосфорной кислоты

[0099] Как было упомянуто в других разделах этого документа, настоящее изобретение также касается способов получения оксидов фосфора, отличных от P₄O₆, включая, например, P₂O₅. Некоторые способы согласно настоящему
25 изобретению также включают получение фосфорной кислоты. В целом в соответствии с такими вариантами осуществления настоящего изобретения исходным материалом является содержащий твердые вещества поток побочного продукта, извлеченный во время разделения потока необработанного продукта и твердых побочных продуктов. Как показано на Фиг. 1, исходный материал 33
30 обрабатывают, как обсуждается в этом документе и как показано на Фиг. 3 (фосфорная кислота) и Фиг. 4 (P₂O₅). Каждый из этих способов может сочетаться с одним или несколькими способами, подробно описанными в этом документе, включая описанные на Фигурах 1 и 2.

[00100] В целом в соответствии с настоящим изобретением получение фосфорной кислоты включает испарение потока твердого побочного продукта с последующим гидратированием испаренного потока для образования жидкого продукта, включающего фосфорную кислоту.

5 **[00101]** Со ссылкой на Фиг. 3 показано, что поток твердых веществ 333 комбинируют с кислородсодержащим газом 336 в испарителе 339.

[00102] Соотношение значений массового расхода для кислородсодержащего газа и потока твердых веществ, вводимых в испарительную установку, составляет от приблизительно 1:10 до
10 приблизительно 10:1; и/или температура кислородсодержащего газа, вводимого в испарительную установку, составляет по меньшей мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К, или от приблизительно 300 К до приблизительно 500 К); и/или температура потока твердых веществ, вводимых в испарительную установку, составляет по меньшей
15 мере приблизительно 270 К (например, от приблизительно 270 К до приблизительно 500 К, или от приблизительно 300 К до приблизительно 500 К).

[00103] В целом температура в пределах испарительной установки составляет по меньшей мере приблизительно 773К. Часто температура в пределах испарительной установки составляет по меньшей мере приблизительно
20 1000 К или по меньшей мере приблизительно 1100 К. В целом температуру в пределах испарительной установки, как правило, контролируют на уровне от 1200 К до 1770 К. Как правило, температуру в пределах испарительной установки контролируют на уровне от 1200 К до 1500 К. Как правило, компоненты сырьевого потока испарителя испаряют при температурах свыше
25 1000 К, свыше 1100 К или свыше 1200 К.

[00104] Из испарительной установки 339 извлекают поток парообразного продукта 342, содержащего P_2O_5 и/или P_4O_{10} .

[00105] Поток парообразного продукта 342 затем вводят в гидратор 345, где пар приводят в контакт с водой для образования фосфорной кислоты.

30 **[00106]** В целом соотношение массового расхода для потока парообразного продукта и воды, присутствующей в гидраторе, составляет от приблизительно 1:10 до приблизительно 10:1.

[00107] Как показано на Фиг. 4, поток твердого продукта 433 комбинируют с кислородом 436 в испарительной установке 439 для обеспечения потока

парообразного продукта 442. Условия в пределах испарительной установки и состав потока парообразного продукта 442 в целом такие же, как изложено выше.

5 [00108] Поток парообразного продукта 442 вводят в конденсатор 445 для обеспечения потока продукта 448, включающего P_2O_5 .

Получение фосфогербицидов

10 [00109] Как отмечено выше, некоторые варианты осуществления настоящего изобретения включают применение оксидов фосфора (III) (например, P_4O_6) и других продуктов, получаемых с применением способов согласно настоящему изобретению (например, фосфорной кислоты) в процессах получения фосфогербицидов, таких, как N-(фосфонометил)глицин (глифосат), и их предшественников (например, N-(фосфонометил)иминодиуксусной кислоты (ФМИДК)).

15 [00110] Способы получения ФМИДК известны специалистам в данной области, и к ним относятся те, при которых соль иминодиуксусной кислоты (IDA) со щелочным металлом, сильную минеральную кислоту и источник фосфорной кислоты приводят в реакцию. Предпочтение отдают динатриевой соли IDA (DSIDA). К подходящим сильным минеральным кислотам относятся серная, бромистоводородная, йодистоводородная и хлористоводородная, причем
20 предпочтение обычно отдают хлористоводородной. Согласно традиционным способам, фосфорную кислоту добавляют к реакционной среде или образуют на месте путем гидролиза PCl_3 . Согласно таким способам, PCl_3 гидролизуют до фосфорной кислоты в растворе DSIDA. HCl , которая образуется в результате гидролиза трихлорида фосфора, подкисляет DSIDA, давая хлористоводородную
25 соль и $NaCl$. Водяной пар и фракцию HCl выделяют из реакционной смеси и извлекают в конденсаторе реактора для гидролиза. Необязательно фракцию HCl , вытесненную из реакции, рециркулируют в последующей партии. И хлористоводородная соль IDA, и $NaCl$ практически нерастворимы и образуют суспензию в водном растворе, который насыщают HCl . На втором этапе
30 суспензию гидролизата, содержащую сильную кислотую соль иминодиуксусной кислоты, хлорид натрия, хлористоводородную кислоту и фосфорную кислоту, переносят из гидролизатора в реактор для фосфонметилирования (ФМ). В ФМ-реакторе суспензию комбинируют с источником формальдегида для образования ФМ реакционной смеси, содержащей ФМИДК.

[00111] Настоящее изобретение включает способы, при которых P_4O_6 , полученную в соответствии с любым из описанных авторами способов, используют для *in situ* приготовления фосфорной кислоты, таким образом, избегая проблем, связанных с PCl_3 , подробно описанных в другом разделе этого документа. Такие способы в целом осуществляют, как описано выше, с заменой PCl_3 на P_4O_6 .

[00112] Настоящее изобретение также касается способов, при которых P_4O_6 , полученный или извлеченный, как описывается авторами, используют согласно способу получения ФМИДК с применением способа, не требующего использования сильной минеральной кислоты (например, хлористоводородной кислоты). При таких способах P_4O_6 гидролизуют для образования фосфорной кислоты, которую затем приводят в реакцию с формальдегидом и ИДА для образования ФМИДК. Таким образом, помимо избавления от необходимости использования PCl_3 и связанных с этим проблем, эти способы также позволяют избежать проблем, связанных с использованием хлористоводородной кислоты, включая образование хлоридных побочных продуктов.

[00113] Настоящее изобретение также касается способов, при которых ФМИДК, полученную, как описано авторами, преобразуют в N-(фосфонометил)глицин в соответствии со способами, общеизвестными среди специалистов в данной области.

[00114] По ознакомлении с подробным описанием изобретения станет очевидной возможность модификаций и видоизменений без отклонения от объема изобретения, определяемого прилагаемой формулой изобретения.

ПРИМЕРЫ

[00115] Следующие неограничивающие примеры представлены для дополнительного пояснения настоящего изобретения.

Пример 1: Способ P_4O_6 с испарением побочных продуктов

[00116] Поток (99 г/ч) жидкого элементного фосфора $P_4(l)$ перекачивают из резервуара для хранения фосфора (который поддерживают при температуре приблизительно 323 К) в испаритель фосфора (трубчатую печь, поддерживаемую при температуре около 773 К) и преобразуют в поток парообразного элементного фосфора $P_4(g)$. Поток парообразного элементного фосфора нагнетают в испаритель (охлажденную снаружи камеру из нержавеющей стали), и подвергают экзотермической реакции с потоком

газообразного кислорода (O_2) (77 г/ч), который также нагнетают в испаритель для образования парообразной смеси оксидов фосфора.

5 [00117] Одновременно поток твердых побочных продуктов, полученный от предыдущих экспериментов (176 г/ч), подают в испаритель и испаряют с использованием тепла от реакции $P_4 + O_2$ в отдельную парообразную смесь разных оксидов фосфора.

10 [00118] Парообразные смеси оксидов фосфора, полученные из твердых побочных продуктов, нагнетают в реактор (внешне охлажденную или внешне и внутренне охлажденную камеру из нержавеющей стали) вместе с образовавшимся в результате потоком парообразной смеси оксидов фосфора, полученных из элементного фосфора вместе с потоком газообразного кислорода (O_2) (230 г/ч) и другим потоком парообразного фосфора $P_4(g)$ (297 г/ч) (полученным из другого испарителя фосфора) нагнетают в реактор, где их приводят в реакцию для образования потока горячего продукта реакции.

15 [00119] Удаление тепла из реактора контролируют путем внешнего охлаждения или внешнего охлаждения и внутреннего охлаждения для обеспечения поддержания температуры потока горячего продукта реакции на выходе приблизительно 1710 К, таким образом, чтобы преобладающим видом в продукте реакции был требуемый триоксид фосфора $P_2O_3(g)$.

20 [00120] После выхода из реактора горячий поток продукта реакции охлаждают в охладительной установке путем смешивания с охлаждающей жидкостью. Охлаждающей жидкостью является поток жидкого $P_4O_6(l)$ (44 400 г/ч), полученный от предыдущих экспериментов.

25 [00121] Охлажденный продукт и охлаждающую жидкость собирают как смесь (суспензию) жидкого $P_4O_6(l)$ и твердых побочных продуктов на дне охладительной установки. При помощи гидроциклона суспензию разделяют на два потока, одним из которых является поток сгущенной суспензии, а другим является поток осветленного необработанного продукта P_4O_6 .

30 [00122] Осуществляемое при помощи фильтрационной установки или центрифуги разделение сгущенной суспензии на твердую и жидкую фазы ведет к образованию потока твердых побочных продуктов и потока жидкого необработанного P_4O_6 , содержащего некоторые растворимые побочные продукты.

[00123] Поток жидкого необработанного P_4O_6 очищают с применением установки для испарительной перегонки для обеспечения 704 г/ч очищенного продукта P_4O_6 , а растворимые побочные продукты осаждают из необработанного P_4O_6 для образования твердого остатка перегонки на дне перегонной установки.

5 **[00124]** Очищенный продукт P_4O_6 имеет чистоту более 99 мас. %. Выход P_4O_6 по P_4 , который вводят в реакторную установку, составляет более 99 %.

Пример 2: Способ P_4O_6 с преобразованием P_xO_y в H_3PO_4 или P_2O_5

10 **[00125]** Поток жидкого элементного фосфора $P_4(l)$ (500 г/ч) перекачивают из резервуара для хранения фосфора (который поддерживают при температуре приблизительно 323 К) в испаритель фосфора (трубчатую печь, поддерживаемую при температуре около 773 К) и преобразуют в парообразный элементный фосфор $P_4(g)$. Поток $P_4(g)$ и поток газообразного кислорода (O_2) (387 г/ч) нагнетают в реактор (внешне охлажденную или внешне и внутренне охлажденную камеру из нержавеющей стали), где их приводят в реакцию с
15 горячим потоком продукта реакции. Удаление тепла из реактора контролируют путем внешнего охлаждения или внешнего и внутреннего охлаждения для обеспечения поддержания температуры потока горячего продукта реакции на выходе приблизительно 1710 К, таким образом, чтобы преобладающим видом в продукте реакции был требуемый триоксид фосфора $P_2O_3(g)$.

20 **[00126]** После выхода из реактора горячий поток продукта реакции охлаждают в охладительной установке путем смешивания с охлаждающей жидкостью. Охлажденная жидкость представляет собой поток жидкого $P_4O_6(l)$ (44 400 г/ч), полученный от предыдущих экспериментов.

25 **[00127]** Охлажденный продукт и охлаждающую жидкость собирают как смесь (суспензию) жидкого $P_4O_6(l)$ и твердых побочных продуктов на дне охладительной установки. При помощи гидроциклона суспензию разделяют на два потока, одним из которых является поток сгущенной суспензии, а другим является поток осветленного необработанного P_4O_6 .

30 **[00128]** Осуществляемое при помощи фильтрационной установки или центрифуги разделение сгущенной суспензии на твердую и жидкую фазы ведет к образованию потока твердых побочных продуктов и потока жидкого необработанного P_4O_6 , содержащего некоторые растворимые побочные продукты.

[00129] Поток жидкого необработанного P_4O_6 очищают при помощи установки для испарительной перегонки для обеспечения 710 г/ч очищенного продукта P_4O_6 , а растворимые побочные продукты осаждают из необработанного P_4O_6 для образования твердого остатка перегонки на дне перегонной установки.

5 **[00130]** Твердые побочные продукты, полученные после фильтрации / центрифугирования, и твердый остаток от перегонки смешивают для образования потока 177 г/ч твердых побочных продуктов. Этот комбинированный поток твердых побочных продуктов подают в окислительную испарительную установку (охлажденную снаружи камеру из нержавеющей стали), где поток твердых побочных продуктов экзотермически окисляется путем контакта с потоком из по меньшей мере 52 г/ч газообразного кислорода (O_2), который нагнетают в окислительный испаритель, и преобразуют в парообразный поток побочного продукта, содержащего пентоксид фосфора ($P_4O_{10}(g)$ и/или $P_2O_5(g)$).

15 **[00131]** Парообразный пентоксид фосфора ($P_4O_{10}(g)$, и/или $P_2O_5(g)$) поглощается потоком разведенной фосфорной кислоты H_3PO_4 и преобразуется в концентрированную фосфорную кислоту.

[00132] Очищенный продукт P_4O_6 имеет чистоту более 99 мас. %. Содержание примесей H_3PO_4 составляет меньше, чем 0,5 %. Общий выход по P_4 , который вводят в реакторную установку, составляет >99 %.

Пример 3: Способ P_4O_6 с рециркуляцией твердых побочных продуктов

[00133] Поток жидкого элементного фосфора $P_4(l)$ (396 г/ч) перекачивают из резервуара для хранения фосфора (который поддерживают при температуре приблизительно 323 К) в испаритель фосфора (трубчатую печь, поддерживаемую при температуре около 773К) и преобразуют в парообразный элементный фосфор $P_4(g)$. Полученный в результате поток $P_4(g)$, поток твердых побочных продуктов (полученный от предыдущих экспериментов) (176 г/ч) и поток газообразного кислорода (O_2) (384 г/ч) подают в реактор (внешне охлажденную или внешне и внутренне охлажденную камеру из нержавеющей стали), где их приводят в реакцию для образования потока горячего продукта реакции.

[00134] Удаление тепла из реактора контролируют путем внешнего охлаждения или внешнего и внутреннего охлаждения для обеспечения поддержания температуры потока горячего продукта реакции на выходе

приблизительно 1710 К, таким образом, чтобы преобладающим видом в продукте реакции был требуемый триоксид фосфора $P_2O_3(g)$.

5 [00135] После выхода из реактора горячий поток продукта реакции охлаждают в охладительной установке путем смешивания с охлаждающей жидкостью, поток жидкого $P_4O_6(l)$ (44 400 г/ч), полученный от предыдущих экспериментов.

10 [00136] Охлажденный продукт и охлаждающую жидкость собирают как смесь (суспензию) жидкого $P_4O_6(l)$ и твердых побочных продуктов на дне охладительной установки. При помощи гидроциклона суспензию разделяют на два потока, одним из которых является поток сгущенной суспензии, а другим является поток осветленного необработанного P_4O_6 .

15 [00137] Осуществляемое при помощи фильтрационной установки или центрифуги разделение сгущенной суспензии на твердую и жидкую фазы ведет к образованию потока твердых побочных продуктов и потока жидкого необработанного P_4O_6 , содержащего некоторые растворимые побочные продукты.

20 [00138] Поток жидкого необработанного P_4O_6 очищают путем применения установки для испарительной перегонки для обеспечения 704 г/ч очищенного продукта P_4O_6 , а растворимые побочные продукты осаждают из необработанного P_4O_6 для образования твердого остатка перегонки на дне перегонной установки.

[00139] Очищенный продукт P_4O_6 имеет чистоту более 99 мас. %. Выход P_4O_6 по P_4 , который вводят в реакторную установку, составляет более 99 %.

Пример 4: Способ P_4O_6 с этапом окисления-испарения

25 [00140] Поток жидкого элементного фосфора $P_4(l)$ (400 г/ч) перекачивают из резервуара для хранения фосфора (который поддерживают при температуре приблизительно 323 К) в испаритель фосфора (трубчатую печь, поддерживаемую при температуре около 773К) и преобразуют в парообразный элементный фосфор $P_4(g)$.

30 [00141] Одновременно поток 177 г/ч твердых побочных продуктов, полученный от предыдущих экспериментов, подают в окислительный испаритель (охлажденную снаружи камеру из нержавеющей стали), экзотермически окисляют потоком газообразного кислорода O_2 (по меньшей мере 52 г/ч), который нагнетают в окислительный испаритель, и преобразуют в парообразный пентоксид фосфора ($P_4O_{10}(g)$, и/или $P_2O_5(g)$). (При запуске, когда

твердые побочные продукты недоступны для рециркуляции, приобретенный красный фосфор или смесь приобретенного красного фосфора и приобретенного P_2O_5 необязательно используют вместо твердых побочных продуктов).

5 [00142] Полученный в результате поток $P_4(g)$ и поток пентоксида фосфора вместе с потоком газообразного кислорода O_2 (258 г/ч) нагнетают в реактор (внешне охлажденную или внешне и внутренне охлажденную камеру из нержавеющей стали), где их приводят в реакцию с горячим потоком продукта реакции. Удаление тепла из реактора контролируют путем внешнего охлаждения или внешнего и внутреннего охлаждения для обеспечения поддержания 10 температуры потока горячего продукта реакции на выходе приблизительно 1710 К, таким образом, чтобы преобладающим видом в продукте реакции был требуемый триоксид фосфора $P_2O_3(g)$.

[00143] После выхода из реактора горячий поток продукта реакции охлаждают в охладительной установке путем смешивания с охлаждающей 15 жидкостью и поток жидкого $P_4O_6(l)$ (44 400 г/ч), полученный от предыдущих экспериментов.

[00144] Охлажденный продукт и охлаждающую жидкость собирают как смесь (суспензию) жидкого $P_4O_6(l)$ и твердых побочных продуктов на дне охладительной установки. При помощи гидроциклона суспензию разделяют на 20 два потока, одним из которых является поток сгущенной суспензии, а другим является поток осветленного необработанного P_4O_6 .

[00145] Осуществляемое при помощи фильтрационной установки или центрифуги разделение сгущенной суспензии на твердую и жидкую фазы ведет к образованию потока твердых побочных продуктов и потока жидкого 25 необработанного P_4O_6 , содержащего некоторые растворимые побочные продукты.

[00146] Поток жидкого необработанного P_4O_6 очищают при помощи установки для испарительной перегонки для получения 710 г/ч очищенного продукта P_4O_6 , а растворимые побочные продукты осаждают из необработанного 30 P_4O_6 для образования твердого остатка перегонки на дне перегонной установки.

[00147] Очищенный продукт P_4O_6 имеет чистоту более 99 мас. %. Выход P_4O_6 по P_4 , который вводят в реакторную установку, составляет более 99 %.

[00148] При включении элементов настоящего изобретения или его предпочтительного(ых) варианта(ов) осуществления форма единственного числа

предполагает наличие как одного, так и нескольких таких элементов. Термины "включающий" и "имеющий" являются инклюзивными и означают возможность наличия дополнительных элементов, помимо перечисленных элементов.

5 [00149] С учетом вышеизложенного становится очевидным достижение нескольких целей изобретение и получение других благоприятных результатов.

[00150] Поскольку существует возможность различных изменений без отклонения от объема изобретения, предполагается, что все материалы, содержащиеся в представленном выше описании и показанные на прилагаемых фигурах, следует рассматривать как иллюстративные, а не ограничительные.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ производства фосфорной кислоты (H_3PO_4), включающий:

5 приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется промежуточный продукт реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов;

10 охлаждение промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов;

отделение жидкого P_4O_6 из суспензии продукта реакции, в результате чего образуется поток необработанного продукта, включающий жидкий P_4O_6 , и поток побочного продукта, включающий оксиды фосфора (III), фосфора (V) и/или фосфора (III и V);

15 введение потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих в потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта, включающего P_2O_5 и/или P_4O_{10} ; и

20 приведение потока парообразного продукта в контакт с водой, в результате чего образуется поток жидкого продукта, включающий H_3PO_4 .

2. Способ производства пентоксида фосфора (P_2O_5), включающий:

25 приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется промежуточный продукт реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов;

охлаждение промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов;

30 отделение жидкого P_4O_6 из суспензии продукта реакции, в результате чего образуется поток необработанного продукта, включающий жидкий P_4O_6 , и поток побочного продукта, включающий оксиды фосфора (III), фосфора (V) и/или фосфора (III и V);

введение потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих в потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта, включающего P_2O_5 и/или P_4O_{10} ; и

5 конденсацию потока парообразного продукта, в результате чего образуется поток продукта, включающий твердый P_2O_5 .

3. Способ по п. 2, **отличающийся тем, что** также включает:

10 разделение суспензии продукта реакции на поток жидкого необработанного P_4O_6 и суспензию сгущенного продукта; и

введение потока жидкого необработанного P_4O_6 в охладительную установку.

4. Способ по любому из п.п. 1 - 3, **отличающийся тем, что** суспензию продукта реакции отделяют с применением гидроциклона, центрифуги, 15 фильтровальной установки или испарительной установки.

5. Способ по любому из п.п. 1 - 4, **отличающийся тем, что** жидкий P_4O_6 отделяют от суспензии сгущенного продукта с применением способа 20 разделения твердой и жидкой фаз, выбранного из группы, состоящей из центрифугирования, фильтрации, гидроциклонирования или испарения.

6. Способ по любому из п.п. 1 - 5, **отличающийся тем, что** также включает:

25 перегонку потока необработанного продукта, включающего жидкий P_4O_6 , в пределах зоны перегонки, в результате чего образуется головная фракция и нижняя фракция, причем головная фракция включает P_4O_6 , а нижняя фракция включает один или несколько побочных продуктов; и

30 конденсацию головной фракции для образования жидкого продукта P_4O_6 .

7. Способ по п. 6, **отличающийся тем, что** также включает:

комбинирование нижней фракции, включающей один или несколько побочных продуктов, и суспензии продукта реакции; и

отделение жидкого P_4O_6 от комбинированной суспензии, в результате чего образуется поток необработанного продукта, включающий жидкий P_4O_6 , и поток побочного продукта, включающий один или несколько побочных продуктов; и

5 испарение в испарительной установке потока побочных продуктов для образования потока извлеченных побочных продуктов, включающего P_4O_{10} , P_2O_5 или их смесь; и

поглощение потока извлеченных побочных продуктов в водной среде, включающей фосфорную кислоту, в результате чего образуется поток концентрированной фосфорной кислоты.

10

8. Способ производства оксида фосфора (III), включающий:

приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов;

15 охлаждение потока промежуточного продукта реакции в охлаждающей установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов;

20 отделение от него твердых компонентов суспензии продукта реакции, в результате чего образуется первый поток побочного продукта, включающий один или несколько твердых побочных продуктов;

введение по меньшей мере части первого потока побочного продукта в испарительную установку;

25 извлечение второго потока побочного продукта из суспензии продукта реакции, причем второй поток побочного продукта включает оксиды фосфора (III), фосфора (V) и/или фосфора (III и V);

30 введение второго потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих во втором потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта, включающего P_2O_5 и/или P_4O_{10} ; и

приведение потока парообразного продукта в контакт с водой, в результате чего образуется поток жидкого продукта, включающий H_3PO_4 .

9. Способ производства оксида фосфора (III), включающий:

приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов;

5 охлаждение потока промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько побочных продуктов;

10 отделение от него твердых компонентов суспензии продукта реакции, в результате чего образуется первый поток побочного продукта, включающий один или несколько твердых побочных продуктов;

введение по меньшей мере части первого потока побочного продукта в испарительную установку;

15 извлечение второго потока побочного продукта из суспензии продукта реакции, причем второй поток побочного продукта включает оксиды фосфора (III), фосфора (V) и/или фосфора (III и V);

введение второго потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих во втором потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта, включающего P_2O_5 и/или P_4O_{10} ; и

20 конденсацию потока парообразного продукта с водой, в результате чего образуется поток продукта, включающий твердый P_2O_5 .

10. Способ производства оксида фосфора (III), включающий:

25 приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов;

30 охлаждение потока промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько твердых побочных продуктов;

извлечение первого потока побочного продукта, включающего один или несколько твердых побочных продуктов, из суспензии продукта реакции;

введение одного или нескольких твердых побочных продуктов в реакторную установку для прямого охлаждения содержимого реакторной

установки, причем температуру в пределах реакторной установки регулируют путем внешнего охлаждения реакторной установки;

5 извлечение второго потока побочного продукта из суспензии продукта реакции, причем второй поток побочного продукта включает оксиды фосфора (III), фосфора (V) и/или фосфора (III и V);

введение второго потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих во втором потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта, включающего P_2O_5 и/или P_4O_{10} ; и

10 приведение потока парообразного продукта в контакт с водой, в результате чего образуется поток жидкого продукта, включающий H_3PO_4 .

11. Способ производства оксида фосфора (III), включающий:

15 приведение фосфора в реакцию с кислородом в реакторной установке, в результате чего образуется поток промежуточного продукта реакции, включающий P_2O_3 и один или несколько побочных продуктов;

20 охлаждение потока промежуточного продукта реакции в охладительной установке путем приведения в контакт с охлаждающей жидкостью, в результате чего образуется суспензия продукта реакции, включающая жидкий P_4O_6 и один или несколько твердых побочных продуктов;

извлечение первого потока побочного продукта, включающего один или несколько твердых побочных продуктов из суспензии продукта реакции;

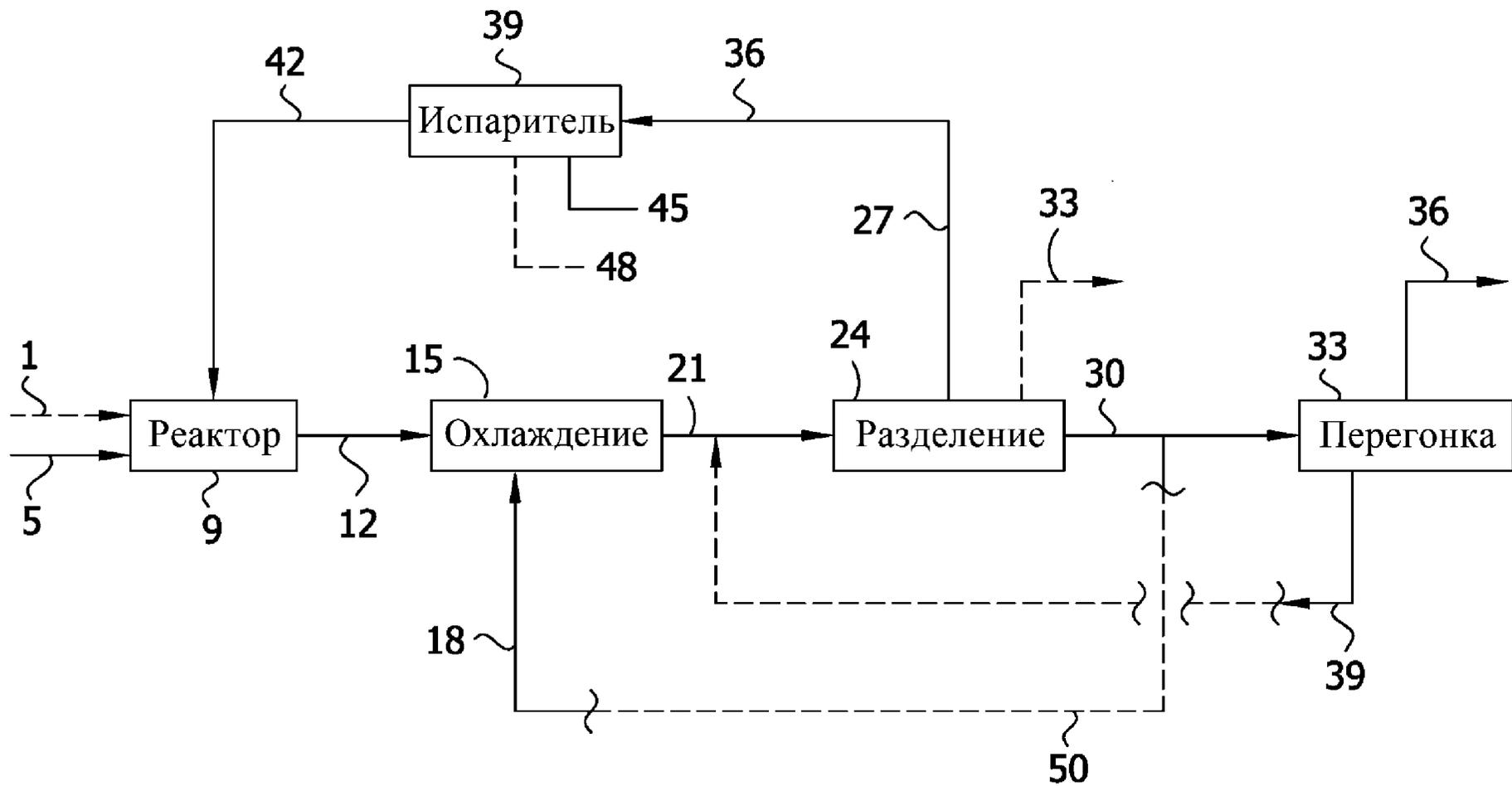
25 введение одного или нескольких твердых побочных продуктов в реакторную установку для прямого охлаждения содержимого реакторной установки, причем температуру в пределах реакторной установки регулируют путем внешнего охлаждения реакторной установки;

извлечение второго потока побочного продукта из суспензии продукта реакции, причем второй поток побочного продукта включает оксиды фосфора (III), фосфора (V) и/или фосфора (III и V);

30 введение второго потока побочного продукта и кислорода в испарительную установку с окислением, таким образом, оксидов фосфора, присутствующих во втором потоке побочного продукта, для получения потока парообразного продукта, включающего P_2O_5 и/или P_4O_{10} ; и

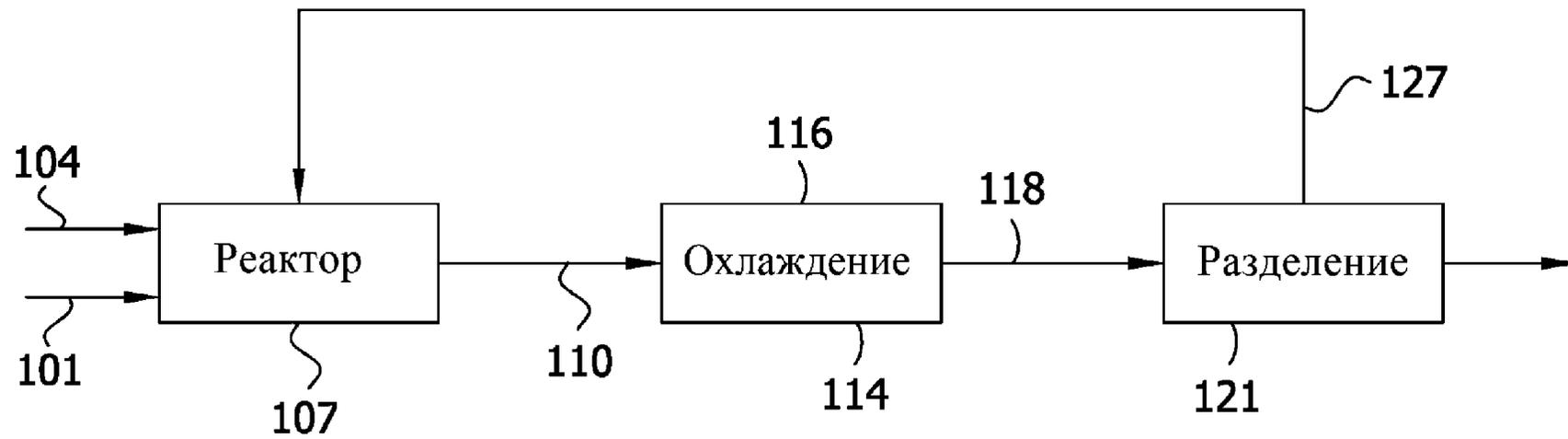
конденсацию потока парообразного продукта с водой, в результате чего образуется поток продукта, включающий твердый P_2O_5 .

СПОСОБЫ ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА
ФОСФОРА И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ



ФИГ. 1

СПОСОБЫ ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА
ФОСФОРА И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ



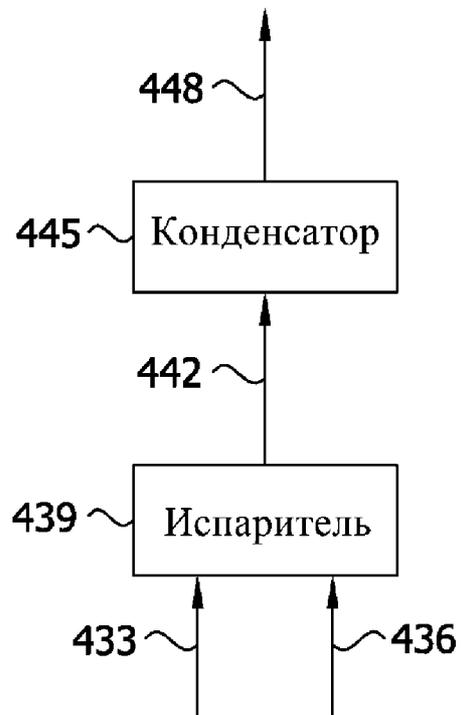
ФИГ. 2

СПОСОБЫ ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА
ФОСФОРА И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ



ФИГ. 3

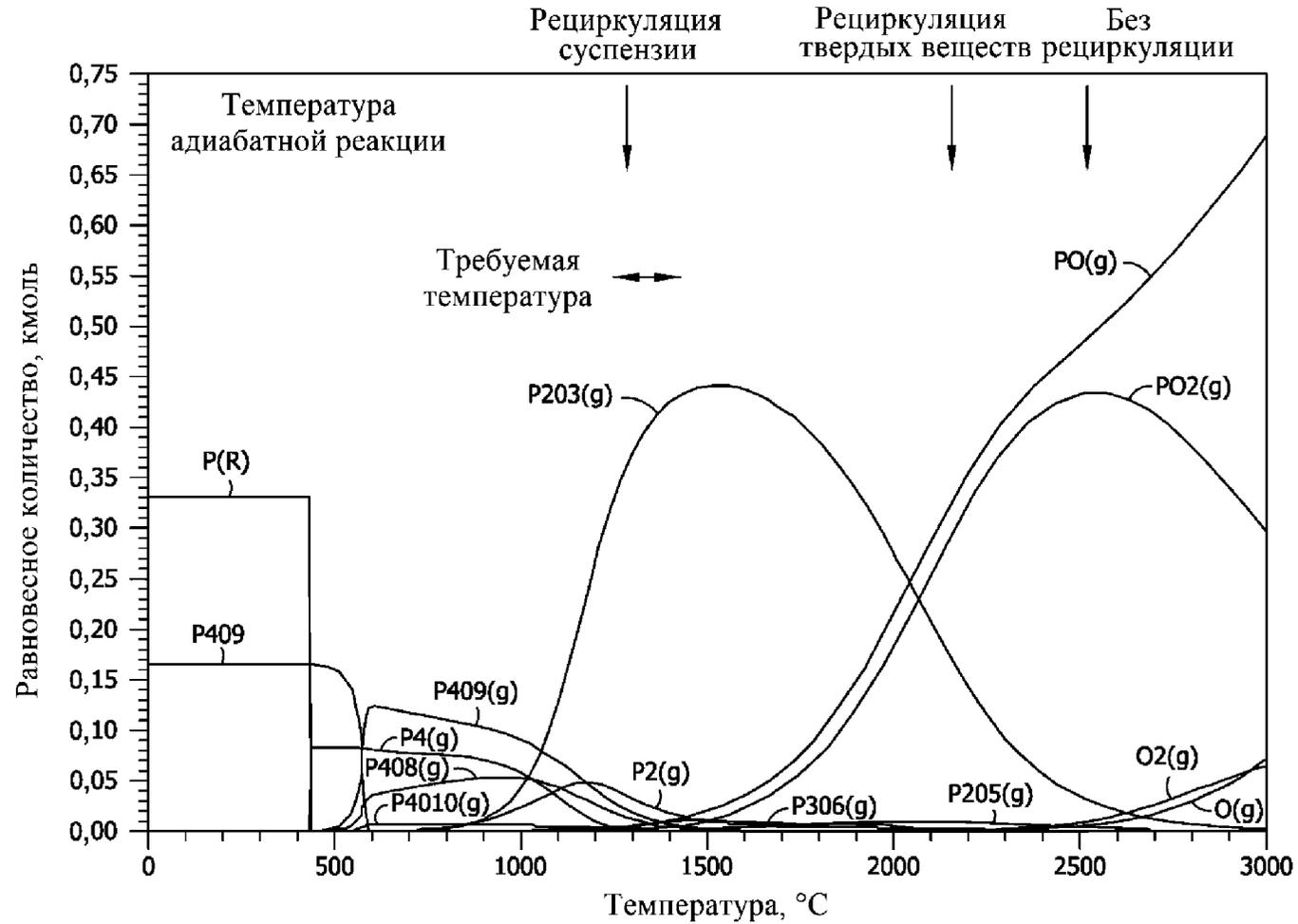
СПОСОБЫ ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА
ФОСФОРА И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ



ФИГ. 4

СПОСОБЫ ПРОИЗВОДСТВА ОКСИДА ФОСФОРА И ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ

Равновесие реакции системы P-O с $P_4/O_2=1/3$



ФИГ. 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US 19/62135

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC - B01J 19/00 (2020.01)

CPC - C01B 25/01, C01B 25/12, C01B 25/18, Y02P 20/129, B01J 19/0013

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
See Search History document

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
See Search History document

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
See Search History document

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y --- A	US 2011/0264267 A1 (SCHIPPER) 27 October 2011 (27.10.2011); the entire document, and more specifically: para [0001], [0005], [0009], [0016], [0018], [0020], [0023]-[0026], [0028], [0041]; title	1-4 and 60-63 ----- 67-70 and 74-86
Y -- A	US 4,980,142 A (MCGILVERY et al.) 25 December 1990 (25.12.1990); the entire document, and more specifically: col 1, ln 5-32 and ln 54-68; col 2, ln 12-16; col 3, ln 1-27; col 4, ln 6-9; claims 13 and 20	1-4, 60-63 ----- 67-70 and 74-86
A	US 4,608,241 A (BARBER) 26 August 1986 (26.08.1986); the entire document, and more specifically: col 9, ln 62-68; col 10, ln 1-28; col 19, ln 23-25; claim 1; title	1-4, 60-63, 67-70, 74-86
A	US 4,603,039 A (KUXDORF et al.) 29 July 1986 (29.07.1986); the entire document, and more specifically: col 2, ln 11-30	1-4, 60-63, 67-70, 74-86
A	US 4,219,533 A (HARTLAPP et al.) 26 August 1980 (26.08.1980); the entire document	1-4, 60-63, 67-70, 74-86
A	US 8,728,427 B2 (NOTTE et al.) 20 May 2014 (20.05.2014); the entire document	1-4, 60-63, 67-70, 74-86

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"D" document cited by the applicant in the international application	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"&" document member of the same patent family
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
20 January 2020 (20.01.2020)

Date of mailing of the international search report

03 FEB 2020

Name and mailing address of the ISA/US
Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents
P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450
Facsimile No. 571-273-8300

Authorized officer

Lee Young

Telephone No. PCT Helpdesk: 571-272-4300

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US 19/62135

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

- 1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

- 2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

- 3. Claims Nos.: 5-59, 64-66 and 71-73
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

- 1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
- 2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
- 3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
- 4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

- Remark on Protest**
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
 - The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
 - No protest accompanied the payment of additional search fees.